

⑪Int. Cl.<sup>2</sup>  
B 01 D 13/00識別記号 ⑫日本分類  
13(7) D 4庁内整理番号 ⑬公開 昭和54年(1979)10月27日  
7433—4D発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭中空糸膜モジュールのリーク補修方法

⑮特 願 昭53—48280

⑯出 願 昭53(1978)4月20日

⑰発 明 者 古谷野猛  
倉敷市福田町古新田358  
同 鶴見博  
倉敷市西坂1480—172⑱発 明 者 岡本健彦  
倉敷市酒津1660同 大森昭夫  
倉敷市酒津1562⑲出 願 人 株式会社クラレ  
倉敷市酒津1621番地

⑳代 理 人 弁理士 本多堅

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

中空糸膜モジュールのリーク補修方法

## 2. 特許請求の範囲

中空糸膜を収容してなるモジュールの中空糸開口端をもつ接着端面の少なくとも一端面上に流動性ある接着剤を付与し、該接着剤を加圧しリーク部位に侵入固化せしめた後封止されたリーク部位でさらに切断することを特徴とする中空糸膜モジュールのリーク補修方法。

## 3. 発明の詳細な説明

本発明は中空糸膜を用いたモジュールのリーク箇所補修方法に関し、さらに詳しくは接着剤をリーク箇所から加圧せしめてリーク箇所を封止するリーク補修方法に関する。

中空糸状の選択透過性膜(以下中空糸膜という)を用いた流体処理装置は、各種工業用液体の処理、気体の処理及び、医療用装置として、広く使用されている。例えば人工腎臓として知られる血液の透析処理装置は、年間数十万個程度が生産され使

用されている。中空糸膜を用いたモジュールは、その少なくとも一端部をプラスチック等の筐体内で接着し、シールすることが必要である。該技術についてもすでに種々の方法が開発され実用化されているが、使用される中空糸が比較的弱いこと、及び数千本から数万本もの多数の中空糸膜を用いる点から、接着端面のシールを完全に行うことは非常に困難である。該接着端面のリークは次のような原因で生ずる。中空糸膜の破損部からのリーク。接着端部での中空糸膜と接着剤との接着不良によるリーク。接着端部での筐体壁部と接着剤との接着不良によるリーク。これらのリークは、そのまゝでは該モジュールが流体分離装置としての機能を完全には果たせないため可及的に補修することが望ましい。

該リーク補修法についてリーク個所にドリルで穴をあけ、該ドリル穴に融解して熱可塑性ポリマーを充填して冷却固化する方法(特開昭50—149180)や、円筒形又は円錐形の物体でリーク発生の中空糸開口端を密栓する方法(特開昭51

-32487)が提案されている、これらの方法において、熱可塑性ポリマー充填法は、微少なリーク個所には充填がむずかしく、操作も複雑であり、密栓法は中空糸膜自身のリークしか補修できないことの欠点を有する。

本発明者らは、かかる点について鋭意検討の結果モジュールの接着端部を作る接着剤を有効に利用することにより、すべてのリークが簡単な操作により完全に補修できることを見出し、本発明を完成したのである。

すなわち本発明は、中空糸膜を収容してなるモジュールの中空糸開口端をもつ接着端面の少くとも一端面上に流動性をもつ接着剤を付与し、該接着剤を加圧しリーク部位に侵入固化せしめた後封止されたリーク部位でさらに切断することを特徴とする中空糸膜モジュールのリーク補修方法である。

本発明で用いる中空糸は、流体の処理に使用できるものであればいかなるものでもよく、ガラス、再生セルロース、セルロースエステル等のセルロ

-3-

する方法等を用いる。中空糸束はその一端又は両端が筐体の端部に対して開口をもつように接着剤でシールされる。両端が開口するモジュールは、中空糸内に流体を流す透析用モジュールあるいは内圧循環式の限外濾過用モジュール等があり、一端開口のモジュールは外圧循環式の逆浸透用モジュール、限外濾過用モジュール、外圧全濾過方式用モジュール等々に使用される。ここで中空糸の他端は接着剤あるいは膜素材自身の融着などで封止され、筐体内に自由端をもつように収容される構造もある。

接着剤でシールされた中空糸端部に開口をもたせるように接着部分を切断する。一応の開口部が形成された接着端面において本発明のリーク補修を行う。リーク個所を予め認知したい場合は、例えば中空糸外面に加圧ガスを供給し、開口端部を水中に浸漬して気泡の発生個所として認知する。他の方法として中空糸外面に加圧ガスを供給し、該加圧ガスの圧力低下から、リークの有無を判断する。さらに本出願人の出願した、シュリーレン

-5-

ース誘導体、PVA系、ポリアミド系、ポリエステル系、ポリアクリロニトリル系、シリコーン樹脂系、ポリスルホン系、ポリオレフィン系、ポリメチルメタクリレート系等各種のものが使用できる。またその外径は30~3000μ程度、膜厚は5~1000μ程度のものが使用できる。これら中空糸を数千本から数万本に集束し、一束又は複数束として筐体内に一体構造又は脱着可能な膜束子として収容する。筐体はその目的、用途に応じて材質、形状、寸法共に種々変更することができる。例えば人工腎臓用モジュールでは、ポリプロピレン、ポリカーボネート等のプラスチックからなる円筒状、長矩形状、又は扁平矩形状の筐体を用いられる。工業用モジュールではプラスチックや金属、ガラス製の筐体を用いられる。所定の筐体に収容された中空糸膜は、少くともその一端をポリウレタン、シリコーン樹脂、エポキシ樹脂、ビニルエステル樹脂、天然ゴム、各種の合成ゴム等の適当な接着剤で封止する。封止法は遠心力を利用する方法、又は筐体の下方から接着剤を圧入

-4-

光学系を用いた光学系装置によるリーク個所の発見法によつても認知できる(特願昭52-50416)。リーク個所がほぼ認知できる場合は、リーク個所を積り面積に、又リーク個所が認知できない場合は、接着端部の切断面全体に、流動性のある接着剤を付与する。ここで付与する接着剤は、すでに接着端部を形成している接着剤と必ずしも同種のものでなくてもよいが、接着剤の親和性からは、同種のものを用いるのが普通である。必要な流動性は圧力、加圧時間、中空糸の内径、接着剤の比重及び、切断面の大きさ等から適宜選択できるが、3 c.p.~10,000 p程度より好ましくは100 c.p.~1,000 p程度のものを用いるのが望ましい。この粘度は、接着剤がリーク個所に適当に加圧されて侵入し、固化するために重要な因子である。あまり粘度が低いと、侵入が過度となり、他の中空糸膜や筐体面にまで付着し汚損することとなり、あまり粘度が高いと侵入が不十分となり、次の切断によりリークのない完全な開口端面を形成し難くなる。

-6-

粘度が適当であれば接着剤の種類は特に限定されない、二液硬化型のポリウレタン、エポキシ、シリコン、一液型溶剤タイプの合成ゴム、天然ゴム、触媒適合型のビニルエステル、不飽和エステル、ホットメルトタイプのエチレン-酢ビコポリマーなどが特によい結果を与える。適当な粘度の接着剤を付与した後、接着剤を中空系内に侵入させるよう加圧する。~~接着剤を中空系内に侵入させるよう加圧する。~~即ち接着剤を付与した端面に適当な筐体を設置して閉空間を形成し、該筐体内に加圧ガスを供給して接着剤に押圧力を加える。正常な部分は接着剤がある程度侵入すると平衡に達し、それ以上は侵入しない。

一方リーク個所からは、外気が侵入しようとするのでかゝる駆動力により、接着剤がリーク個所から選択的に侵入する。接着剤の侵入が十分行われたら加圧したまま固化せしめるか或いは加圧を開放し、侵入した接着剤を固化せしめる。接着剤の付与は一端面又は二端面同時に行なつてもよい。侵入した接着剤が固化後、新しい中空系開口端が

-7-

#### 実施例 1

外径300ミクロン膜厚25ミクロンをもつ再生セルロース中空糸10,000本を、外径40mm長さ350mmのポリプロピレン製筐体に収容し、両端をポリウレタンで接着する。接着剤が十分固化した後、中空糸開口端が出るように切断する。このモジュールの端面を水中に浸漬し加圧ガスを中空糸膜外側に供給し、気泡の発生からリークを調べた所、1端部は2リーク、他端部は3リーク（うち1リークは接着剤部分の孔）あることを確認した。

まず、モジュールの一端面に粘度2000c.p.のポリウレタン接着剤を全面に約5mm厚みに塗布し他端面をめくらし、接着剤面を0.8kg/cm<sup>2</sup>となるよう加圧する。10分後加圧を中止し、接着剤が固化後、他端面に同様に接着剤を塗布し加圧し固化せしめた。次いで両端部の中空糸固定個所を切断し、新たな開口端面を形成した。補修後のモジュールを再度リークテストしたが、リークは全く認められなかった。

-9-

形成されるよう再度接着端部を切断する。付与した接着剤はリーク個所以外も、侵入するが、かかる場合は、そのような部位をこえ、リーク個所のみに接着剤が侵入している部位で切断すれば、有効な中空糸の開口部と封止されたリーク個所をもつ完全な新しい接着端面が得られる。

本発明によれば、リークの封止が従来の方法に比して容易でかつ完全に行なえるので、従来は補修不能として放棄したモジュールも十分に補修されて使用できるので、全体としての製品のコスト低減に有用である上に、不完全な補修による事故を未然に防止できるとの大きな効果がある。

先に本発明者らが出願した減圧により補修する方法では、減圧による差圧はせいぜい1kg/cm<sup>2</sup>であり、1kg/cm<sup>2</sup>以上ではじめて認知出来る微少なリークはそのままでは補修出来ないのに対して、本発明の加圧にする方法では差圧を大きくとれるので、微少なリークでも補修可能である。

以下実施例により本発明を説明する。

-8-

#### 実施例 2

外径300ミクロン膜厚25ミクロンのエチレン-ビニルアルコールコポリマー中空糸を5000本収容した人工腎臓用モジュールを作製する。モジュールの両端部のリークをシュリーレン光学系装置により確認した。200p.のたれ性を改良したエポキシ接着剤をモジュールの両端面のリーク個所附近に5mm厚みに塗布後実施例1と同様にして0.9kg/cm<sup>2</sup>に加圧する。2分後に加圧をやめ接着剤が固化後、新たに開口端面を形成させた。再度リークテストを行なつたが、もはやリークの発生はなかった。

#### 実施例 3

長さ1mのダイアライザー用ポリビニルアルコール中空繊維12,000本をエポキシ系接着剤で両端をシールし、一応切断して両端開放の脱着可能な膜素子を作製した。この膜素子を水に浸漬し内圧方式で加圧してリークの有無を調べたところ、中空糸の破損と思われるリークが2ヶ所、シール不良と思われるリークが1ヶ所見られた。そこで

-10-

一接着端面に粘度が100ポイズのエポキシ系接着剤を塗布し、他端はめくらしをして0.7 kg/cm<sup>2</sup>の加圧にし、硬化するまで加圧を続けた。次いで他端側のめくらしを取り外し、同じ接着剤を塗布して0.7 kg/cm<sup>2</sup>の加圧を続けて硬化せしめた。次いで両端シール部を切断して開口端を形成せしめた。再び水中でリークテストしたところ今度は1本のリークもなく、補修は完全であつた。

#### 実施例4

長さ30cmの均一多孔質ポリビニルアルコール系中空繊維150本をエポキシ系接着剤でシールし、一端切断して片持タイプの脱着可能な膜素子を製作した。この膜素子を水に浸漬し内圧方式で加圧してリークの有無を調べたところ5ヶ所見られた。そこで接着端面に粘度が1000p.のエポキシ系接着剤を塗布し1.5 kg/cm<sup>2</sup>の加圧にし、硬化せしめた。次いで端面を切断して開口端を形成せしめた。再び水中でリークテストをしたところリークは見られず補修は完全であつた。